

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-168715

(43)Date of publication of application : 30.06.1997

(51)Int.Cl.

B01D 53/04

F25J 3/04

F25J 3/08

(21)Application number : 07-332185

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 20.12.1995

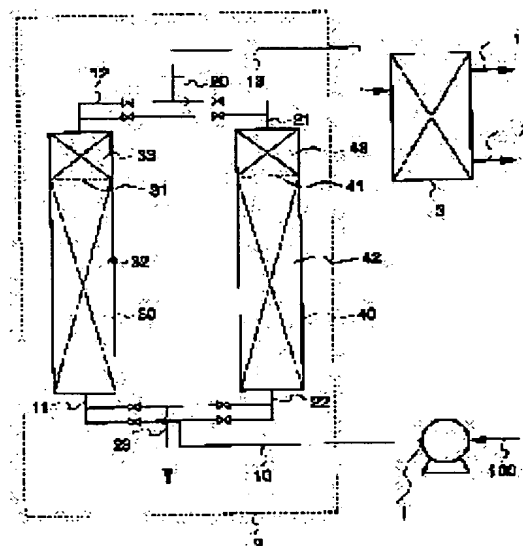
(72)Inventor : YOSHIMATSU YUKIYOSHI
HARADA SUSUMU
SOMEYA KAZUO

(54) PRETREATING DEVICE FOR AIR SEPARATION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce high-purity nitrogen by arranging a synthetic zeolite-based adsorbent in the upper part in an adsorption tower and arranging an activated alumina-based adsorbent in the lower part therein and specifying the filling height of the synthetic zeolite-based adsorbent in an air separator for producing nitrogen gas and liquid nitrogen from air.

SOLUTION: Air 100 of a raw material is compressed by a compressor 1 and thereafter introduced into an adsorption tower 30 through a conduit 10 interposing a changeover valve. A synthetic zeolite-based adsorbent 33 is arranged in the upper part of the adsorption tower 30 and an activated alumina-based adsorbent 32 is arranged in the lower part thereof. The filling height of the synthetic zeolite-based adsorbent 33 is set to at least 500mm and also the synthetic zeolite-based filler for the whole adsorbent amount is set to at most 20%. Thereby, when impurities contained in air 100 of the raw material come into contact with the adsorbents 32, 33 to flow, the impurities are adsorbed and removed in ppm order. Air free from impurities reaches the low temperature zone 3 and separated into nitrogen gas and liquid nitrogen by fractionation operation utilizing the difference of boiling point of nitrogen and oxygen.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-168715

(43)公開日 平成9年(1997)6月30日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 53/04			B 0 1 D 53/04	B
F 2 5 J 3/04			F 2 5 J 3/04	Z
3/08			3/08	

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平7-332185

(22)出願日 平成7年(1995)12月20日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 吉松 幸祥

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会
社日立製作所笠戸工場内

(72)発明者 原田 進

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会
社日立製作所笠戸工場内

(72)発明者 染矢 和夫

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会
社日立製作所笠戸工場内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

(54)【発明の名称】 空気分離用の前処理装置

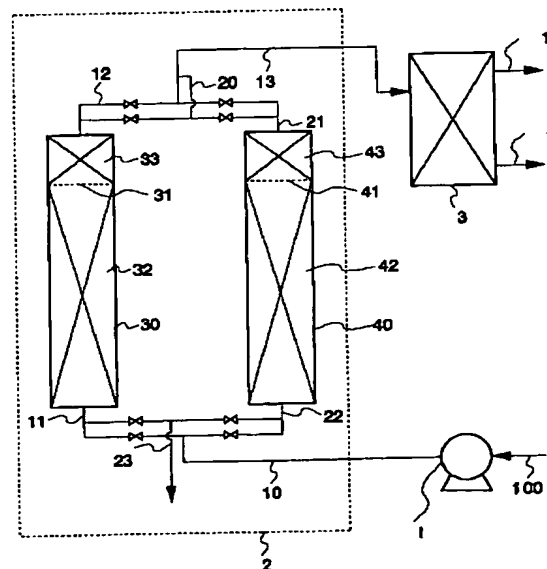
(57)【要約】

【課題】近年、半導体市場に適用されている窒素ガス、あるいは液体窒素は従来にもまして高純度化が要求され、不純物は従来より一桁以上の除去が必要となる。製品窒素をより高純度にし、装置の信頼性を向上させるためには上記不純物を前処理装置 (P S A装置) で極力除去する必要がある。

【解決の手段】本発明の特徴は、吸着塔の充填剤に活性アルミナ系の吸着剤と合成ゼオライト系の吸着剤を組み合わせ、2層に充填し、合成ゼオライト系を上方に設置し、かつ合成ゼオライト系の吸着剤の充填高さを多くとも500mmとした点にある。

【効果】高純度の窒素を製造できる効果がある。また、低温域に導入される不純物が少なくなるため低温での閉塞ポテンシャルが無くなり、信頼性の高い空気分離用の前処理装置 (P S A装置) を提供することができる効果を得る。

図1



32…活性アルミナ系吸着材
33…合成ゼオライト系吸着材

【特許請求の範囲】

【請求項1】加圧された原料空気中の不純物を吸着塔内の吸着剤で吸着除去し、前記吸着圧力より低い圧力で前記不純物を脱着処理し、不純物が除去された空気を低温域に導入して精留塔で窒素ガスあるいは液体窒素等を分離採取する空気分離用の前処理装置において、前記吸着塔内の吸着剤に活性アルミナ系なる吸着剤層と合成ゼオライト系なる吸着剤層を直列に配置し、前記合成ゼオライト系の吸着剤は前記活性アルミナ系の吸着剤の上方に設置され、前記合成ゼオライト系の吸着剤の充填高さは多くとも500mm以下としたことを特徴とする空気分離用の前処理装置。

【請求項2】加圧された原料空気中の不純物を吸着塔内の吸着剤で吸着除去し、前記吸着圧力より低い圧力で前記不純物を脱着処理し、不純物が除去された空気を低温域に導入して精留塔で窒素ガスあるいは液体窒素等を分離採取する空気分離用の前処理装置において、前記吸着塔内の吸着剤に活性アルミナ系なる吸着剤層と合成ゼオライト系なる吸着剤層を直列に配置し、前記合成ゼオライト系の吸着剤は前記活性アルミナ系の吸着剤の上方に設置され、前記合成ゼオライト系の吸着剤の全吸着剤量に占める割合を20%以下としたことを特徴とする空気分離用の前処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、空気からガス窒素、あるいは液体窒素を得るための空気分離装置に係り、特に空気中に含まれる炭酸ガス（CO₂）、水分（H₂O）等の低温域で凝縮固化する成分、あるいは窒素以外の高沸点成分である不純物を圧力差吸着方式で除去する空気分離装置の前処理装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】空気分離用の前処理装置には、大別して、PSA（圧力差吸着方式）方式とTSA（温度差吸着方式）があるが、本発明はPSA方式に関するものである。PSA（圧力差吸着方式）方式は原料ガス（ここでは空気）中の特定成分を選択的に吸着除去する吸着操作と、吸着成分を前記吸着操作よりも低圧の圧力で脱着除去する脱着操作を交互に行う方法である。この方法による特定成分の吸・脱着の方法は例えば、特公昭59-24654号、特公昭61-29768号公報等に記載されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】近年、半導体市場に適用されている窒素ガス、あるいは液体窒素は従来にもまして高純度化が要求されている。例えば、特公昭61-29768号公報で取り上げている二酸化炭素の除去は通常1ppmとしているが、高純度化にはさらに一桁以上の不純物の除去が必要となる。空気中に含まれる不純物の代表例としては水分、二酸化炭素等が多量に混在し

ているが、その他にも一酸化炭素、窒素酸化物、アセチレン、プロパン等の炭化水素等が微量に混在している。低温域で不純物による閉塞を防止し製造装置の信頼性を向上させるとともに、製品窒素をより高純度にするためには上記不純物を前処理装置（PSA装置）で極力除去する課題がある。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決して、装置の信頼性を向上させ、高純度の窒素を得るための空気分離用のPSA装置を提案するには、前記PSA装置の吸着塔に充填される吸着剤に特性の異なった2種類の吸着剤を充填し、前記吸着剤をそれぞれの特性に適した箇所に2層に充填することにより達成される。

【0005】本発明の目的は、PSA装置で空気中の不純物を効率よく除去し、空気分離装置の信頼性を向上させるとともに、高純度の窒素を製造することができる空気分離用の前処理装置を提供するにある。

【0006】

【発明の実施の形態】一般に吸着能力が優れている吸着剤は脱着方法が難しく、脱着能力が優れているものは吸着方法が難しく、装置に適用するにはそれぞれの吸着剤の特徴を生かして適所に使用されている。

【0007】空気分離装置の前処理装置の方法には前記PSA方式の他にTSA方式がある。TSA方式は、吸着剤に合成ゼオライト系を使用し、脱着時は吸着圧力より低い圧力で、さらに吸着剤に熱を加え、吸着剤を加熱・冷却することにより吸着剤の特定成分を脱着処理するものである。本方法は脱着時の加熱・冷却手段を必要とし、吸着剤もPSA方式に比べ多く必要とする。しかし、吸着剤の加熱・冷却による理想的な脱着方法等により効率よく不純物を除去できる特徴を持つ。一方、PSA方式は吸着剤に活性アルミナ系を使用し、吸・脱着時の圧力差のみで不純物の脱着を行わせるもので、TSA方式に比べ脱着時の加熱・冷却手段を廃止してコンパクトな形態として吸・脱着を行えるようにしている。本発明は、吸着能力の高い合成ゼオライト系の吸着剤と、脱着能力の高い活性アルミナ系の吸着剤を、その能力を十分に発揮できる方法で充填を行った吸着塔を提供するものである。

【0008】以下、本発明の実施例を図面に従って説明する。図1は本発明の第1の実施例を説明する空気分離用の前処理装置の系統図を示す。

【0009】図1において、破線で囲った部分が本発明の対象となる前処理装置の部分である。原料空気100は圧縮機1で7～8Kg/平方cm程度に圧縮され、導管10、切替バルブ、導管11を通して吸着塔30に導入される。吸着塔30の内部には充填剤32、33が金網等33で仕切られ上下2層に充填されている。ここで、下部に設置される充填剤32は活性アルミナ系の充填剤で、上部に設置される充填剤33は合成ゼオライト

系の充填剤である。ただし、合成ゼオライト系の充填剤 33 の充填高さは多くとも 500mm 以下であることを特徴とする。また、全吸着剤量に対する合成ゼオライト系の充填剤は 20% 以下を特徴とする。原料空気中の前記不純物は充填剤 32、33 と接触して流れる際吸着除去される。吸着剤 32 で ppm オーダに除去された不純物は吸着剤 33 で更に ppm オーダに吸着除去される。不純物を極力除去された空気は導管 12 および導管 13 を通って低温域 3 に導入される。低温域 3 では窒素、酸素の沸点差を利用した精留操作により、窒素ガス及び液体窒素に分離され、導管 1 から窒素ガスを、導管 2 より液体窒素を製品として取り出す。

【0010】一方、脱着操作においては、他方の吸着塔で不純物を除去された空気の一部は導管 13 から導管 20 および導管 21 を通って吸着塔 40 に導入され、ほとんど大気圧に近い圧力で金網等 41 で仕切られた合成ゼオライト系の吸着剤 43、活性アルミナ系の吸着剤 42 が吸着した不純物の脱着を行い導管 22 および導管 23 を通って大気に放出される。

【0011】本発明の特徴は、充填剤に活性アルミナ系の吸着剤と合成ゼオライト系の吸着剤を組み合わせ、2 層に充填し、かつ合成ゼオライト系の吸着剤の充填高さを多くとも 500mm とした点にある。周知のごとく吸着剤は吸着時に吸着熱を発生して温度が上昇し、脱着時には吸熱して温度が下降する。特に合成ゼオライトは吸着力が強いのでこの傾向が顕著である。この温度変化は吸・脱着操作に悪影響を与える。すなわち、温度上昇は吸着操作に、温度下降は脱着操作の妨げとなる。本発明では、PSA 操作による吸・脱着の圧力差と温度変化によるデメリットを考慮し、合成ゼオライト系の吸着剤の充填高さを多くとも 500mm とすることにより、原料空気中の不純物をより吸着除去できる空気分離装置の前処理装置（PSA 装置）が可能となる。本実施例での吸着塔は 2 塔で説明したが PSA 装置にはさらに複数の吸着塔を使用する場合があるが、本発明はそれらにも適用可能である。

【0012】また、低温域で窒素ガス、液体窒素を分離する装置について説明したが低温域で酸素あるいはアルゴンを分離する装置でも適用可能である。

【0013】図 2 に本発明の第 2 の実施例を説明する空

気分離用の前処理装置の系統図を示す。第 1 の実施例と同様、破線で囲った部分が本発明の対象となる前処理装置の部分である。本実施例では一つの吸着塔を 2 分割し、それぞれの吸着塔に合成ゼオライト系、活性アルミナ系の充填剤を充填したものである。一つの吸着塔は吸着塔 30 と吸着塔 34 が導管 14 で連結され、他方の吸着塔は吸着塔 40 と吸着塔 44 が導管 15 で連結されている。吸着塔 30、40 には活性アルミナ系の充填剤 32、42 が、吸着塔 34、44 には合成ゼオライト系の吸着剤 42、43 が充填されている。本実施例においても不純物の吸着、脱着は第一の実施例と同様の効果を得ることができる。さらに本実施例では吸着塔を 2 分割して吸着剤を充填しているため吸着剤のメンテナンス、例えば吸着剤の交換作業等を円滑にできる効果を得る。また、導管 14、15 を任意にすることで吸着塔 34、44 を任意の位置に設定することができ、吸着塔全体の高さを低くできる効果も得る。

【0014】一方、2 種類の吸着剤を充填する場合、第一の実施例のように 2 層に分離して行う方法と、混合して行う方法とがあるが、混合して行う場合も第一の実施例と同様の効果を有する。この場合、吸着剤の混合域は吸着塔の上方に配置され合成ゼオライト系の吸着剤の量は全吸着剤の 20% 以下が望ましい。

【0015】

【発明の効果】本発明は、上記のように構成され作用をなすため次のような効果がある。原料空気中の不純物は吸着操作により極力除去できるため、高純度の窒素を製造できる効果がある。また、低温域に導入される不純物が少なくなるため低温での閉塞ポテンシャルがなくなり、信頼性の高い空気分離用の前処理装置（PSA 装置）を提供することができる効果を得る。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明による空気分離用の前処理装置の第 1 の実施例を示す系統図である。

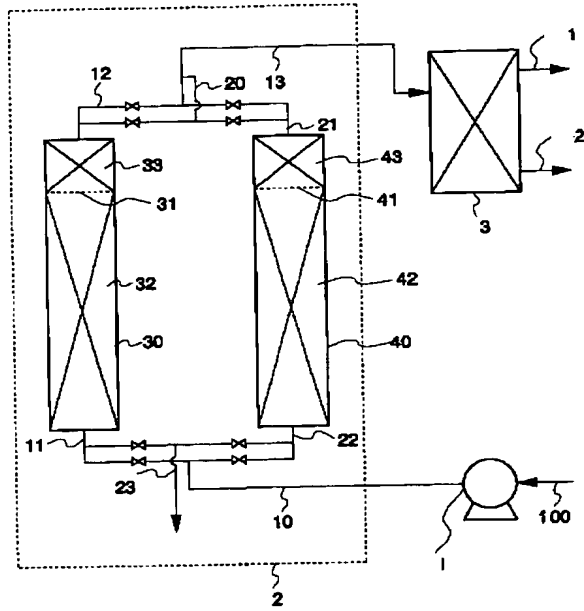
【図 2】本発明による空気分離用の前処理装置の第 2 の実施例を示す系統図である。

【符号の説明】

3…低温域、30、40、34、44…吸着塔、32、42…吸着剤（活性アルミナ系）、33、43…吸着剤（合成ゼオライト系）、100…原料空気。

【図1】

図1



32…活性アルミナ系吸着材
33…合成ゼオライト系吸着材

【図2】

図2

